This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

® BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

© Off nlegungsschriftDE 3206143 A1



(61) Int. Cl. 3:



DEUTSCHES PATENTAMT

 ②1) Aktenzeichen:
 P 32 06 143.9

 ②2) Anmeldetag:
 20. 2. 82

 ④3) Offenlegungstag:
 1. 9. 83

C 03 B 37/025 C 03 C 13/00 C 03 C 17/00 C 03 C 25/00

(71) Anmelder:

Licentia Patent-Verwaltungs-GmbH, 6000 Frankfurt, DE

② Erfinder:

Huber, Hans-Peter, Dipl.-Phys., 7910 Neu Ulm, DE; Petermann, Klaus, Dr.-Ing., 7900 Ulm, DE; Maslowski, Stefan, Dr.-Ing., 7913 Senden-Aufheim, DE

66) Recherchenergebnisse nach § 43 Abs. 1 PatG:

DE-OS 31 05 295 DE-OS 24 15 052 FR 23 28 672 GB 20 43 624 US 43 06 897 JP 45 839-81

(6) Verfahren und Anordnung zur Herstellung einer Vorform, aus der optische Fasern ziehbar sind

Die Erfindung betrifft ein kostengünstiges Herstellungsverfahren einer chemisch und physikalisch hochgenauen Vorform, aus der kostengünstig eine mehrere Kilometer (≥ 40 km) lange hochgenaue optische Faser ziehbar ist, die insbesondere einen niedrigen OH⁻-lonengehalt aufweist. Dieses wird dadurch erreicht, daß ein stab- oder rohrförmiger Anfangskörper, z.B. aus Graphit, auf einer äußeren Mantelfläche gleichzeitig mit mindestens einer glasbildenden Schicht versehen wird. (32 06 143)

Licentia Patent-Verwaltungs-GmbH Theodor-Stern-Kai 1 D-6000 Frankfurt (Main) 70

PTL-UL/Ja/rß UL 82/13 kb. UL 82/23

Patentansprüche

- Verfahren zur Herstellung einer Vorform, aus der optische Fasern ziehbar sind, bei dem auf der äußeren Mantelfläche eines sich um seine Längsachse drehenden zylindrischen Anfangskörper mindestens eine glasbildende

 Schicht abgeschieden wird, dadurch gekennnzeichnet, daß zumindest eine zur Bildung der Schicht wesentliche Komponente dem Anfangskörper (1) im wesentlichen auf seiner gesamten Länge zugeführt wird und daß der Anfangskörper (1) derart erwärmt wird, daß die Bildung der Schicht im wesentlichen gleichzeitig entlang mindestens einer Mantellinie des Anfangskörpers erfolgt.
- Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als schichtbildende Komponente mindestens ein gasförmiger und/oder ein flüssiger und/oder ein fester Ausgangsstoff
 verwendet wird.
 - 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Anfangskörper (1) ein stab- oder

- 2 -

UL 82/13kb. UL 82/23

rohrförmiger, elektrisch leitender Träger verwendet wird, der durch einen elektrischen Stromfluß in Längsrichtung derart erwärmt wird, daß mindestens eine Glasruß-Schicht und/oder eine glasige Schicht gebildet wird, und daß der Träger nach dem Abscheiden der Schicht(en) entfernt wird.

- 4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß ein rohrförmiger Träger verwendet wird, dessen Innenraum während des Abscheidens der Schicht(en) mit einem sauerstoffarmen Schutzgas gespült wird, und daß der Träger anschließend durch eine Oxidation entfernt wird.
- 5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß der rohrförmige Träger im wesentlichen aus Graphit besteht und daß die Oxidation durch gasförmigen Sauerstoff (0₂) erfolgt.
- 15 6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß zur Bildung der Schicht mindestens eine vorerhitzte Komponente verwendet wird.
- Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß auf den Anfangskörper (1) in radialer Richtung unterschiedlich dotierte Schichten abgeschieden werden, deren optische Brechzahl und deren Aufschmelztemperaturen kleiner werden bei wachsendem Radius.
- 8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß zur Dotierung der Schichten Fluor und/oder Bor verwendet 25 wird.
 - 9. Anordnung zur Durchführung des Verfahrens nach den Ansprüchen 1 bis 8, gekennzeichnet durch folgende Merkmale:

- a) ein zu beschichtender Bereich des Anfangskörpers (1) ist allseitig von einem Reaktionsgefäß (2) umgeben, das mindestens eine schlitzförmige Durchfürhung (5, 6) besitzt, die im wesentlichen parallel ist zur
 Uängsachse des Anfangskörpers (1) und die im wesentlichen die gleiche Länge besitzt wie der zu beschichtende Bereich
- b) außerhalb des Reaktionsgefäßes (2) befindet sich mindestens eine Lagerung (3), die eine Drehung des Anfangskörpers (1) und/oder des Reaktionsgefäßes (2) ermöglicht, die eine elektrische Stromzuführung zu dem Anfangskörper bewirkt und die eine Gasspülung des Innenraums des Anfangskörpers ermöglicht.
- 10. Anordnung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß
 15 das Reaktionsgefäß (2) auf der dem An angskörper (1) zugewandten Seite verspiegelt und/oder gekühlt ist.
 - 11. Anordnung nach Anspruch 9 oder Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß dem Reaktionsgefäß (2) durch mindestens eine Durchführung (5) glasbildende, gasförmige und/oder glasbildende, feste Stoffe (7) zuführbar sind und daß in dem Reaktionsgefäß (2) entstehende störende Nebenprodukte durch mindestens eine Durchführung (6) ableitbar sind.
- 12. Anordnung nach den Ansprüchen 9 bis 11, dadurch ge25 kennzeichnet, daß innerhalb und/oder außerhalb des Reaktionsgefäßes (2) ein nach Maßgabe der abzuscheidenden
 Schicht dotierter Glasruß erzeugbar ist, der auf den Anfangskörper (1) aufschmelzbar ist.

- 4 -

UL 82/13 kb. UL 82/23

- 13. Anordnung nach den Ansprüchen 9 bis 12, dadurch g-kennzeichnet, daß eine Plasmaentladung vorhanden ist, die eine Abscheidung der Schicht unterstützt.
- 14. Anordnung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet,
 05 daß zwischen dem Anfangskörper (1) und dem Reaktionsgefäß (2) ein elektrisches und/oder ein magnetisches Feld
 vorhanden ist, das die Abscheidung der Schicht begünstigt.
- 15. Anordnung nach den Ansprüchen 9 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß in dem Reaktionsgefäß (2) ein Niederdruckplasma vorhanden ist, dessen Gasdruck ungefähr fünfzehn Millibar beträgt.
 - 16. Anordnung nach einem der Ansprüche 13 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Plasmaentladung auf die Oberfläche des Anfangskörpers (1) konzentriert ist.
- 15 17. Anordnung nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß die Plasmaentladung im wesentlichen entlang einer Mantellinie des Anfangskörpers (1) hin- und hergeführt wird.
- 18. Anordnung nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß
 20 die Plasmaentladung im wesnetlichen gleichzeitig entlang
 einer Mantellinie des Anfangskörpers (1) erfolgt derart,
 daß die Abscheidung der Schicht im wesentlichen gleichzeitig erfolgt.
- 19. Anordnung nach einem der Ansprüche 13 bis 18, dadurch
 25 gekennzeichnet, daß das Reaktionsgefäß (2) und der Anfangskörper (1) die zur Plasmaentladung nötigen Elektroden bilden.

- 20. Anordnung nach einem der Ansprüche 13 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß in dem Reaktionsgefäß mindestens zwei stab- oder plattenförmige Elektroden vorhanden sind, zwischen denen eine Plasmaentladung stattfindet.
- 05 21. Anordnung nach einem der Ansprüche 9 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens eine schichtbildende Komponente in axialer Richtung durch das Reaktionsgefäß (2) fließt.
- 22. Anordnung nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet,

 0 daß mindestens eine schichtbildende Komponente gleichzeitig oder alternativ in gegenläufiger Richtung durch das Reaktionsgefäß (2) fließt und daß bei der Abscheidung der Schicht entstehende Nebenprodukte das Reaktionsgefäß (2) in radialer Richtung verlassen.
- 15 23. Anordnung nach einem der Ansprüche 9 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen dem Anfangskörper (1) und dem Reaktionsgefäß (2) eine derartige Temperaturdifferenz besteht, daß die Abscheidung der Schicht durch den Thermophorese-Effekt erhöht wird.
- 20 24. Verfahren zur Weiterverarbeitung der nach einem der vorhergehenden Ansprüche hergestellten Vorform, dadurch gekennzeichnet, daß in zumindest einem weiteren Verfahrensschritt unter Anwendung einer die Vorform zumindest bereichs- oder zonenweise erweichenden Temperatur eine Querschnittsverringerung auf Lichtleitfaserquerschnitt vorgenommen wird.

- 5g/- 6. UL 82/13 kb. UL 82/23

25. Verfahren zur Weiterverarbeitung nach dem vorhergehenden Anspruch, dadurch gekennzeichnet, daß die Querschnittsverringerung im wesentlichen durch mindestens einen Ziehvorgang vorgenommen wird.

• • •

Licentia Patent-Verwaltungs-GmbH Theodor-Stern-Kai 1 D-6000 Frankfurt (Main) 70

PTL-UL/Ja/rB UL 82/13 kb. UL 82/23

Beschreibung

Verfahren und Anordnung zur Herstellung einer Vorform, aus der optische Fasern ziehbar sind

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Anordnung zur Herstellung einer Vorform, aus der optische Fasern ziehbar sind, nach den Oberbegriffen der Patentansprüche 1 und 9.

O5 Optische Fasern, auch Lichtwellenleiter genannt, werden bei optischen Nachrichtenübertragungssystemen als Übertragungsleitung benutzt.

Bei der Herstellung optischer Fasern, insbesondere optischer Glasfasern, wird zunächst eine sogenannte Vorform

10 hergestellt, die zylinderförmig ist und die im wesentlichen die gleiche Querschnittsstruktur besitzt wie die aus
dieser Vorform durch einen Ziehvorgang hergestellte optische Faser.

-7-8

UL 82/13 kb. UL 82/23

Zur Herstellung einer derartigen Vorform sind verschiedene Verfahren geeignet. Bei den sogenannten CVD-Verfahren wird zunächst die Innenfläche eines Rohres, z.B. eines Quarzglasrohres, mit mindestens einer glasbildenden Schicht beschichtet. Diese rohrförmige Vorform wird anschließend, zumindest in einem Teilbereich, zu einem Glasstab kollabiert, der zu einer optischen Faser ausgezogen wird. Ein derartiges CVD-Verfahren hat den Nachteil, daß eine Abscheidung von vielen Schichten, die z.B. bei einer optischen Gradientenfaser benötigt wird, sehr zeitaufwendig ist. Außerdem ermöglicht dieses Verfahren lediglich eine geringe Abscheidungsrate der abzuscheidenden Schichten.

15 Bei dem sogenannten VAD-Verfahren wird auf einem Trägerstempel aus Quarz in axialer Richtung ein mit Dotierstoff
versehener Quarzglasruß abgeschieden, wobei ein Sauerstoff-Wasserstoff-Brenner verwendet wird. Entsprechend dem
gewünschten Brechzahlprofil der optischen Faser ist die
20 radiale Dotierstoffverteilung zu wählen. Während des
Aufwachsprozesses rotiert der Trägerstempel und wird axial
in einer Richtung bewegt.

Der Glasrußstab wird nach einer Behandlung mit Cl₂-Gas, zur Beseitigung von OH-Ionen, zu einem glasigen Stab gesintert. Dieser wird anschließend mit einem Quarzglasrohr überfangen, das den Mantel der optischen Faser bildet. Aus dieser Vorform wird die optische Faser gezogen. Das VAD-Verfahren hat den Nachteil, daß es viele Verfahrensschritte erfordert. Außerdem besteht in nachteiliger Weise die Möglichkeit, daß beim Sintern chemische Verunreinigungen sowie eine Verformung des Glasrußstabes auftreten können.

Bei einem weiteren Verfahren werden auf der Mantelfläche eines um seine Längsachse rotierenden stab- oder rohrförmigen Trägerkörpers aus Quarzglas mehrere dotierte und/oder undotierte Quarzglasschichten abgeschieden.

- O5 Dieser Abscheidungsvorgang erfolgt mit Hilfe eines Wasserstoff-Sauerstoff-Brenners oder eines Plasmabrenners, der in axialer Richtung zum Trägerkörper bewegt wird. Nach dem Abscheidungsvorgang wird der Trägerkörper entfernt, z.B. ausgebohrt und/oder herausgeätzt, so daß eine 10 rohrförmige Vorform entsteht, die kollabiert und zu einer
- 10 rohrförmige Vorform entsteht, die kollabiert und zu einer optischen Faser ausgezogen wird. Dieses Verfahren hat insbesondere folgende Nachteile:
- der Schichtaufbau in radialer Richtung dauert sehr
 lange, wodurch Profilstörungen der optischen Faser kaum vermeidbar sind;
 - das Ausbohren und/oder Ausätzen des Trägerrohres ist sehr aufwendig und zeitraubend;
- es ist eine hohe Präzision beim Abätzvorgang erforder lich, da sonst eine Verfälschung des Brechzahlprofils auftritt;
 - störende OH Verunreinigungen sind schwer vermeidbar, da bei einigen Verfahrensschritten, z.B. dem Ätzvorgang, Wasser vorhanden ist;
- 25 das Verfahren erfordert viele mit möglichen Fehlern behaftete Verfahrensschritte.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein gattungsgemäßes Verfahren anzugeben, das eine kostengünstige und gut wiederholbare Herstellung von chemisch und physikalisch hochgenauen Vorformen ermöglicht, aus denen möglichst mehrere Kilometer lange optische Fasern her-

- 9-10.

UL 82/13 kb. UL 82/23

stellbar sind, die insbesondere einen sehr niedrigen OH--Ionengehalt aufw isen.

Diese Aufgabe wird gelöst durch die in den kennzeichnenden Teilen der Patentansprüche 1 und 9 angegebenen Merk-05 male.

Ausgestaltungen und Weiterbildungen sind den Unteransprüchen entnehmbar.

Die Erfindung wird im folgenden anhand von Ausführungsbeispielen und schematischer Zeichnungen näher erläutert. 10 Es zeigen

FIG. 1 einen Längsschnitt durch ein Ausführungsbeispiel

FIG. 2 einen Querschnitt durch das Ausführungsbeispiel gemäß FIG. 1 an der mit A-B bezeichneten Stelle.

Der Erfindung liegt der Gedanke zugrunde, daß eine wirtschaftliche Herstellung einer Vorform nur dann möglich
ist, wenn es gelingt, den für eine optische Faser benötigten Schichtenaufbau in einer möglichst kurzen Zeit vorzunehmen. Außerdem soll die Vorform möglichst viel Material
enthalten, so daß eine möglichst lange optische Faser gezogen werden kann, z.B. in einer Länge von mehr als 40
Kilometern.

Gemäß den FIG. 1 und 2 wird diese Forderung dadurch erreicht, daß bei einem Anfangskörper 1, z.B. einem Graphitrohr, dessen äußere Mantelfläche gleichzeitig entlang einer Mantellinie, parallel zur Längsachse des Anfangskörpers, mit einer glasbildenden Schicht beschichtet wird.

. . .

15

20

25

30

Es genügt dann beispielsweis eine einzige Umdrehung des Anfangskörpers 1, um die gewünschte Schicht zu erzeugen. Diese Umdrehungen sind möglich mit Hilfe jeweils einer Lagerung 3 an jedem Ende des Anfangkörpers 1 sowie einem 05 darauf aufgesetzten weiteren Rohr 4, das mit einem nicht dargestellten Antrieb verbunden ist. Der zu beschichtende Bereich des Anfangskörpers 1 ist allseitig von einem Reaktionsgefäß 2 umgeben, z.B. einem Metallrohr, in dem sich schlitzförmige Durchführungen 5, 6 befinden, die z.B. einen Einlaß- und einen Auslaßschlitzbilden. Durch diese Durchführung 5 werden dem Anfangskörper 1 gleichzeitig auf der gesamten Länge des zu beschichtenden Bereichs glasbildende gasförmige und/oder feste Stoffe 7 zugeführt, z.B. gasförmiges SiCl₄ mit gasförmigen Dotierungsstoffen sowie Sauerstoffgas und/oder dotierte oder undotierte kleine Glaspartikel (Glasruß). Die möglicherweise vorerwärmte Stoffe 7 werden auf dem Anfangskörper 1 zu mindestens einer Schicht verschmolzen, z.B. mittels heißer Gase 8, die durch den Innenraum des Anfangskörpers 1 geleitet werden. Es ist vorteilhaft, den Anfangskörper 1 als Graphitrohr auszubilden und dieses durch unmittelbaren elektrischen Stromdurchgang u erwärmen. Die Lagerungen 3 dienen dabei gleichzeitig als elektrische Kontakte. Während des Abscheidens der Schicht(en) wird ein Oxidieren (Verbrennen) des Graphitrohres vermieden durch ein durch das Rohr geleitetes Schutzgas, z.B. Argon (Ar). Nach der Beendigung des genannten Abscheidungsvorganges wird das erwärmte Graphitrohr mit einem oxidierenden Gas, z.B. Sauerstoff, gespült und verbrannt. Es entsteht die gewünschte Vorform, aus der optische Glasfasern gezogen werden können.

Die bei der Abscheidung im Reaktionsgefäß 2 entstehenden störenden Nebenprodukte, z.B. überschüssiger Glasruß, wer-

- 1×-12

UL 82/13 kb. UL 82/23

den durch die ebenfalls schlitzförmige Durchführung 6 entfernt, z.B. abgesaugt.

Die beschriebene Abscheidung der Schicht(en) kann in vielfältiger Weise unterstützt werden. Beispielsweise ist es

möglich, die Stoffe 7 elektrisch zu laden, z.B. mit Hilfe einer innerhalb des Reaktionsgefäßes 2 erzeugten Plasmaentladung. Die derart geladenen Stoffe 7 sind dann bevorzugt auf den Anfangskörper 1 abscheidbar, z.B. mit Hilfe geeignet geformter elektrischer und/oder magnetischer Felder. Außerdem ist es möglich, das Reaktionsgefäß 2 innen zu verspiegeln und gegebenenfalls zusätzlich zu kühlen, so daß ein die Abscheidung begünstigender Temperaturgradient entsteht (Thermophorese).

Besonders günstig ist, in dem Reaktionsgefäß 2 ein Nie-15 derdruckplasma bei einem Druck von ungefähr 15 Millibar zu erzeugen, da dann der Anfangskörper 1 bei der Abscheidung der Schicht(en) auf einer niedrigeren Temperatur gehalten werden kann. Durch eine entsprechende Temperaturwahl ist es möglich, die Schicht entweder als Glasruß 20 ("soot") oder glasig abzuscheiden. Da das Niederdruckplasma elektrisch geladene Teilchen enthält, ist es möglich, den Ort der Abscheidung zu steuern oder zu regeln. Beispielsweise kann die Plasmaentladung eine punktförmige Abscheidung auf der Oberfläche des Anfangkörpers bewirken. 25 Diese punktförmige Abscheidung wird auf der Oberfläche entlang einer Mantellinie hin- und herbewegt, bei gleichzeitiger Drehung des Anfangskörpers, so daß eine zusammenhängende Schicht abgeschieden wird. Außerdem ist es möglich, in dem Reaktionsgefäß 2 platten- und/oder stabförmige Elektroden 30 anzuordnen, die eine linienförmige Abscheidung der Schicht

- 12/-13

UL 82/13 kb. UL 82/23

entlang einer Mantellinie des Anfangskörpers bewirken.

Weiterhin ist es möglich, bei der Abscheidung der Schicht mindestens eine schichtbildende Komponente, z.B. Siliziumtetrachlorid-Gas (SiCl₄), in axialer Richtung durch das Reaktionsgefäß strömen zu lassen. Zur Vermeidung einer konisch abgeschiedenen Schicht ist es zweckmäßig, beispielsweise die Strömungsrichtung umzukehren innerhalb eines bestimmten Zeittaktes. Eine weitere Möglichkeit besteht darin, zwei entgegengesetzt gerichtete axiale Strö-10 mungen zu wählen und die bei der Abscheidung entstehenden Nebenprodukte z.B. überschüssiger Glasruß, in der Mitte des Reaktionsgefäßes in radialer Richtung abzusaugen. Da die Abscheidung der Schicht in einem Niederdruckplasma bei einer niedrigen Temperatur, z.B. 500°C, des Anfangskör-15 pers möglich ist, ist es zweckmäßig, die Abscheidungsrate mit Hilfe des sogenannten Thermophorese-Effektes zu erhöhen. Dieses wird beispielsweise dadurch erreicht, daß das Reaktionsgefäß 2 auf einer höheren Temperatur gehalten wird als der Anfangskörper 1. Innerhalb des Reaktionsge-20 fäßes ist dadurch ein Temperaturgradient vorhanden, der die Abscheidungsrate erhöht.

Bei der beschriebenen Abscheidung ist es nicht notwendig, die für eine optische Glasfaser benötigte vollständige Schichtenfolge, Kern- und Mantelglas, abzuscheiden. Es ist möglich, lediglich das Kernglas abzuscheiden und dieses anschließend mit einem gesondert hergestellten rohrförmigen Mantelglas zu umgeben (überfangen). Aus einer derartigen Vorform wird anschließend die optische Glasfaser gezogen.

- 13-14, UL 82/13kb. UL 82/23

Die Weiterverarbeitung der nach der Erfindung hergestellten Vorformen erfolgt zweckmäßigerweise nach den Verfahren die in einem oder beiden der letzten Ansprüche angegeben sind.

NAOHGEREICHT 3206143

15.111

Numm r: Int. Cl.³: Anmeldetag: Off nl gungstag:

32 06 143 C 03 B 37/075 20. Februar 1982 1. Septemb r 1983

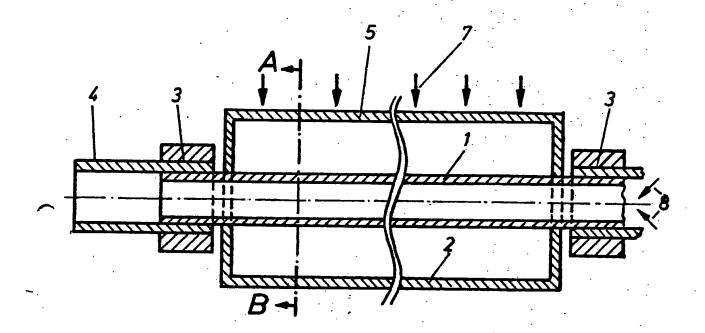


FIG.1

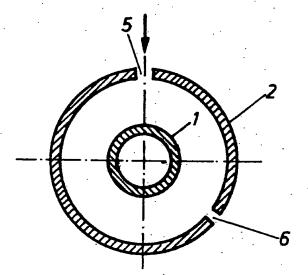


FIG. 2